

ESTUDO DE TRATAMENTO TERMOQUÍMICO SUPERFICIAL POR PLASMA EM AMOSTRAS COM GRADIENTE DE TEMPERATURA

D.R. Irala¹; M.J. Cinelli¹; A.P. Tschiptschin²; H. Goldenstein²; L.C. Fontana^{1*}

¹ UDESC, Centro de Ciências e Tecnologia, Departamento de Física, 89.223-100, Joinville, SC

² USP, Escola Politécnica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais, 05.508-970, São Paulo, SP

Recebido: 21 de dezembro, 2007; Revisado: 10 de maio, 2008

Palavras-chave: plasma, tratamento termoquímico superficial, gradiente térmico, AISI D2.

RESUMO

Neste trabalho é apresentado um método de ensaio que através da aplicação de um gradiente térmico na amostra durante um tratamento termoquímico de superfície por plasma, permite o estudo da influência da temperatura sobre a microestrutura das camadas formadas na peça tratada, para uma ampla faixa de trabalho (350 a 850°C) e em um único ensaio. Como exemplo de aplicação, emprega-se tal método durante a carbonitreção a plasma do aço ferramenta AISI D2. As técnicas utilizadas para a caracterização das amostras foram: Difratometria de Raios-X (DRX), Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Energia de Dispersão de Raios-X (EDX) e Microdureza Vickers (MDV). Detectou-se a formação de camadas visíveis de difusão e a presença de fases de nitretos (ϵ -Fe₂₋₃N, γ '-Fe₄N, CrN) para várias temperaturas no aço ferramenta AISI D2 carbonitretado. Na temperatura de tratamento de 753°C ocorre uma transformação de fases no aço AISI D2.

ABSTRACT

In this work is presented a test method that through of the application of a thermal gradient in sample during a plasma superficial thermochemical treatment, permit a study of the influence of the temperature in microstructural formation of the layers in piece for a wide working range (350 – 850°C) and in a unique test. How application example, put to use this method during the plasma carbonitriding of the AISI D2 tool steel. The characterization techniques of the samples were: X-ray diffraction analyses (XRD), Scanning electronic microscopy (SEM) with X-ray dispersion energy, Optic microscopy (OM) and Microhardness Vickers (MHV). The results indicate that there is formation of visible diffusion layers and nitrides phases (ϵ -Fe₂₋₃N, γ '-Fe₄N, CrN) for various temperatures in the carbonitrided AISI D2 tool steel. In 753°C occurs a transformation of phases in AISI D2 steel.

1. INTRODUÇÃO

Os tratamentos de nitreção e carbonitreção por plasma são dois exemplos de processos termoquímicos empregados

para o endurecimento de superfícies de componentes metálicos. As alterações nas propriedades superficiais ocorrem mediante a formação de duas camadas distintas: uma zona de compostos de nitretos e/ou carbonitretos (camada branca) e uma zona de difusão (camada escura) resultante da dissolução dos átomos intersticiais de carbono e/ou nitrogênio, conforme os gases provenientes da atmosfera de trabalho [1,2]. Os processos de difusão envolvidos na formação das camadas são fortemente dependentes da temperatura do substrato [1,3].

No sistema utilizado neste trabalho, a peça a ser tratada atua como um catodo de uma descarga luminescente d.c. em regime anormal com uma mistura gasosa apropriada, de acordo com o tipo de tratamento desejado. É possível obter-se uma variação de temperatura dentro da faixa aproximada de 350-850°C com o acoplamento de um sistema de troca de calor na amostra durante o tratamento. O objetivo é obter uma avaliação prévia e eficaz do tamanho e da microestrutura das camadas formadas em determinado substrato para cada temperatura de tratamento num único ensaio. O tipo de tratamento/material escolhido aqui para apresentar o emprego da técnica é a carbonitreção por plasma do aço ferramenta AISI D2.

2. METODOLOGIA

O material estudado é o aço ferramenta AISI D2, cuja composição química é constituída por: 1,50% C, 0,30% Si, 12,0% Cr, 0,95% Mo, 0,90% V. As amostras foram inicialmente usinadas e retificadas nas dimensões que aparecem na Figura 1.

O material passou por um tratamento térmico convencional de têmpera e duplo revenido (dureza final de 58 HRC). As amostras passaram por um processo de limpeza e acabamento superficial, onde a superfície a ser tratada foi lixada e polida até o grau ótico.

Para o ensaio utilizou-se o reator de carbonitreção e nitreção iônica do Laboratório de Física de Plasmas e Engenharia de Superfície do Departamento de Física da UDESC Joinville. A Figura 2 representa o modelo esquemático deste reator modificado para a aplicação do gradiente térmico. O equipamento consiste numa câmara de descarga, um sistema de vácuo primário, um sistema de alimentação gasosa e uma

* fontana@joinville.udesc.br

fonte de alta tensão de 1,5 kW. Pode ser observado acoplado ao reator, um equipamento absorvedouro de calor para gerar um gradiente de temperatura na amostra.

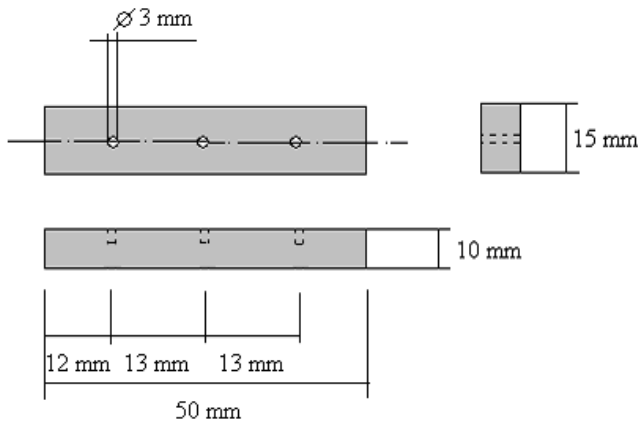


Figura 1 - Dimensões e geometria do corpo de prova para o estudo da influência do gradiente térmico durante o tratamento de endurecimento superficial por plasma.

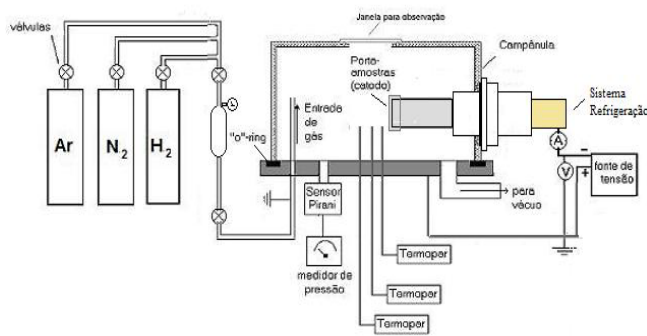


Figura 2 - Reator modificado para estudo com gradiente de temperatura.

O princípio de funcionamento se baseia em resfriar uma das extremidades da amostra, enquanto que a outra extremidade é aquecida por plasma confinado em catodo oco [5] conforme é apresentado na figura 3.

Para controlar o gradiente de temperatura foram inseridos na amostra três termopares isolados, fixados a 3,0 mm de distância da superfície.



Figura 3 - Fotografia do interior da câmara, mostrando o sistema experimental. À esquerda, corpo de prova fixado no porta-amostra absorvedouro de calor, que por sua vez suporta o sistema de aquecimento tipo 'catodo-oco' e os termopares. À direita, vista de uma amostra em tratamento.

O tempo de tratamento foi de 3,0 horas, sendo que o sistema leva 50 minutos para atingir as temperaturas desejadas. O resfriamento se deu por 2,0 horas, dentro da câmara de vácuo. Os parâmetros utilizados para este processo de carbonitretação são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros utilizados para a carbonitretação a plasma com gradiente de temperatura para o aço AISI D2.

Parâmetros Carbonitretação	40%N ₂ /60%Ar + Vapor de Carbono
Tensão elétrica (V)	597 ± 28
Corrente elétrica (A)	1,0 ± 0,1
Pressão de Trabalho (torr)	1,9 ± 0,2
Temperaturas (°C)	
T(12mm)	696 ± 17
T(25mm)	536 ± 15
T(38mm)	351 ± 13

O vapor de carbono é obtido mediante a pulverização catódica de um alvo de grafite posicionado no interior do reator e com a mesma tensão d.c. aplicada ao plasma.

A estrutura cristalina formada na amostra a partir da superfície, ao longo do comprimento do corpo de prova, foi avaliada em quatro regiões distintas por Difratomia de Raios-X (DRX). O difratômetro utilizado opera com radiação de cobre (Cu K α , $\lambda=1,542$ Ångströms), corrente de 30 mA e d.d.p. de 40 kV. O ângulo de varredura (2θ) compreendeu a faixa de 15-90°. Para avaliação microestrutural das camadas formadas, o corpo de prova é cortado transversalmente ao longo de seu comprimento, com o auxílio de um disco diamantado e com lubrificação contínua. Posteriormente, as seções cortadas foram lixadas e polidas com soluções abrasivas de alumina de 1 e 0,5 μ m. As amostras foram atacadas quimicamente com uma solução de NITAL 1% e analisadas por Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com a obtenção de imagens no modo de detecção de elétrons retroespalhados (BSE) para avaliação visual da microestrutura e das fases formadas.

As propriedades mecânicas do núcleo do material foram avaliadas por meio do ensaio de microdureza Vickers (MHV2). Todas as medidas obtidas são resultado da média de três pontos, com tempo de indentação de dez segundos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A variação da temperatura obtida ao longo do comprimento do corpo de prova pode ser representada pela seguinte equação, obtida por regressão linear ($R^2=0,99830$):

$$T_c = -13,3x + 859 \quad (1)$$

onde: x é a posição no corpo de prova (mm) e T_c é a temperatura (°C) de tratamento da amostra durante a carbonitretação.

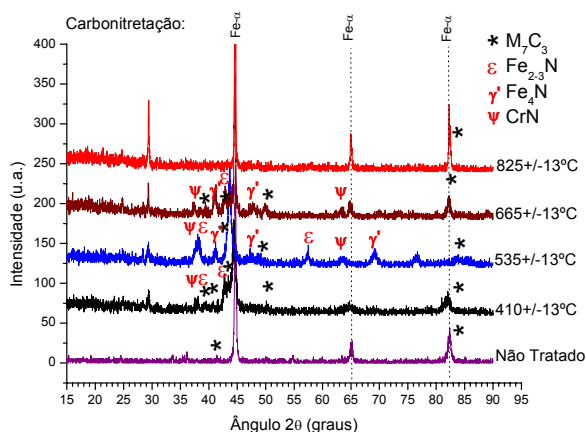


Figura 4 - DRX de superfície de quatro regiões distintas ao longo do corpo de prova carbonitretado com gradiente de temperatura.

Verifica-se que o gradiente obtido para o aço ferramenta AISI D2 foi de 13,3 °C/mm. Se a extrapolação dos dados for considerada, a temperatura máxima atingida na extremidade da amostra é de 859°C. A equação (1) é utilizada para estimar a temperatura em qualquer região ao longo do comprimento do corpo de prova durante a caracterização das amostras. Todos os valores de temperaturas obtidas desta forma possuem um erro estimado em ± 13 °C.

A temperatura influencia fortemente no tamanho e nos tipos de microestruturas formadas a partir da superfície. Analisando os difratogramas de raios-x obtidos de quatro regiões da superfície tratada (figura 4) verifica-se que para a amostra carbonitretada observam-se picos de baixa intensidade da fase ϵ -(Fe₂₋₃N) nas temperaturas mais baixas ((410 $\pm$ 13) °C) e da fase γ' -(Fe₄N) para temperaturas intermediárias (entre (535 $\pm$ 13) e (665 $\pm$ 13) °C). Isso está de acordo com o fato de que a difusividade do nitrogênio é maior em temperaturas mais altas, proporcionando camadas mais espessas, porém mais pobres em nitrogênio, como é o caso da fase γ' . Em temperaturas elevadas ((825 $\pm$ 13) °C), a precipitação de nitretos não foi detectada pela técnica.

Observa-se também a presença da fase CrN. Os picos referentes a este nitreto começam a aparecer na região de (410 $\pm$ 13) °C. No entanto, verifica-se uma maior incidência para temperaturas intermediárias de (535 $\pm$ 13) a (665 $\pm$ 13) °C.

Na figura 5 apresenta-se a variação da espessura da camada nitretada, visível em microscópio ótico, para a faixa de temperatura de tratamento. A profundidade alcançada pela zona de difusão aumenta com a temperatura, conforme prevê a equação da difusividade (D) abaixo:

$$D = D_0 \exp(-E_a / RT) \quad (2)$$

onde: D_0 é uma constante independente da temperatura (T) e E_a é a energia de ativação para a difusão [2,4].

No entanto, a ocorrência de várias reações entre os microconstituintes do aço D2 e também a mudança de fase duran-

te o tratamento podem influenciar na constante D_0 assim como na energia de ativação E_a , como indicam os resultados do gráfico da figura 5.

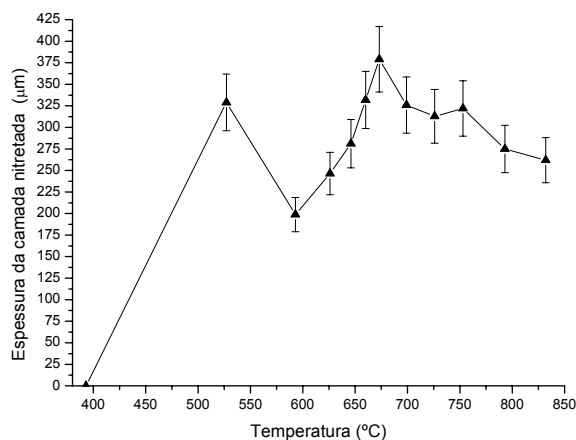


Figura 5 - Medidas da espessura da camada nitretada, em função da temperatura de tratamento, no aço AISI D2.

Para a faixa de temperaturas em torno de 550-650°C observa-se que as profundidades alcançadas pelas camadas de nitretos são menores. Nesta região ocorrem uma série de reações na microestrutura (figura 6), como a formação de uma fina camada superficial de compostos de nitretos de ferro (~1,4 μ m a 527°C), precipitação de nitretos de ferro em contornos de grão (N.C.G.) (figura 6a) além da conhecida transformação dos carbonetos M_7C_3 (M indica a presença de átomos metálicos, em geral Fe e Cr) em CrN (figura 6b), também observada por outros autores [6]. De fato, os difratogramas da figura 4 indicam um número maior de picos relativos a formação da fase CrN para esta região.

A figura 7 apresenta a variação da dureza do núcleo do aço AISI D2 em relação à temperatura de tratamento de superfície. Verifica-se uma queda nos valores de dureza do núcleo até 726°C. Tal fato é esperado devido a degeneração da martensita revenida decorrente do próprio tratamento. Após esta temperatura, no entanto, os valores voltam a subir progressivamente atingindo a mesma dureza medida pós-revenido. Na figura 8, a micrografia (b) mostra que em (753 $\pm$ 13)°C ocorre uma transição de fase. A micrografia 8(a) apresenta a microestrutura de uma região da amostra abaixo da camada nitretada que foi aquecida à temperatura de (726 $\pm$ 13)°C. Nesta temperatura onde, ainda, não ocorre a transformação de fase observa-se uma microestrutura com grãos maiores e mais heterogênea. A micrografia 8(c) mostra a microestrutura, de uma região da amostra abaixo da camada nitretada, após a transição de fase, em (793 $\pm$ 13)°C. Aqui, observa-se uma microestrutura mais homogênea.

Após 753°C a fase da matriz se tornou austenítica durante o tratamento, com a mudança da rede cristalina de C.C.C. para C.F.C. temos uma queda na difusividade dos elementos intersticiais, mas por outro lado, um aumento da solubilidade [4]. Nestas temperaturas suficientemente elevadas, uma quantidade de carbono adicional proveniente da dissolução

dos carbonetos se distribui nos interstícios da rede C.F.C. O subsequente resfriamento favorece a formação de pequenas partículas dispersas, de precipitados de elementos de liga (figura 8c) e ainda induz à têmpera do aço, fatores que contribuem para o aumento da dureza do material.

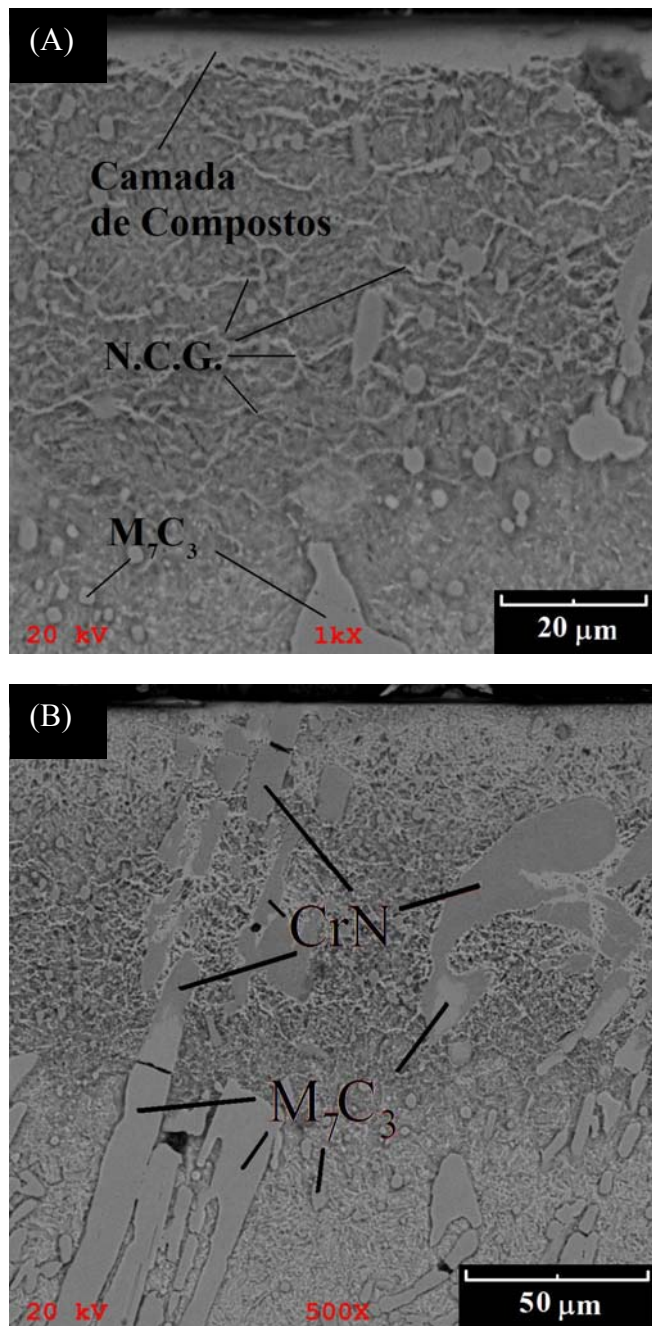


Figura 6 – Micrografias da seção transversal obtida por MEV BSE. Ataque: Nital 1%. (a) $T=(527\pm13)^{\circ}\text{C}$; (b) $T=(626\pm13)^{\circ}\text{C}$.

4. CONCLUSÕES

O método mostra-se viável para o estudo do efeito da temperatura da amostra em processos de tratamento termoquímico por plasma. É possível detectar as mudanças microestruturais e acompanhar a evolução das camadas formadas ao longo de uma ampla faixa de temperatura de trabalho. O método também permite a detecção da temperatura aproximada de transformação de fase do material tratado. O aço AISI D2 sofreu uma transformação de fase na temperatura de $(753\pm13)^{\circ}\text{C}$.

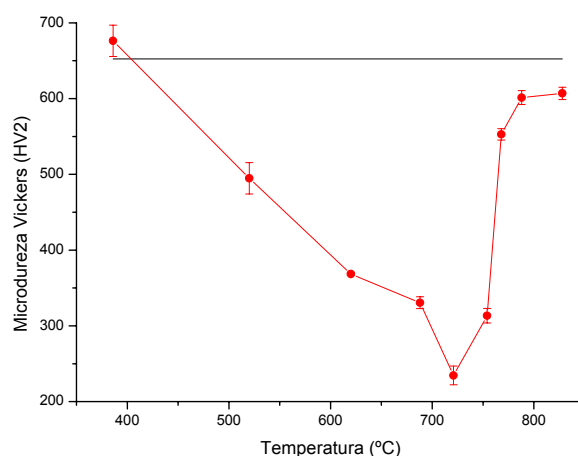


Figura 7 - Variação da dureza do núcleo do aço AISI D2 em relação à temperatura de tratamento de superfície (carbonitretação) com gradiente de temperatura. A linha horizontal denota a dureza do aço revenido, antes do tratamento

REFERÊNCIAS

1. ÇELİK, A.; KARAKAN, M.; ALSARAN, A.; EFEÖGLÜ, I., *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 1926.
2. LI, S.; MANORY, R.R., *Journal of Material Science* 34 (1999) 1045.
3. ZAGONEL, L.F.; FIGUEROA, C.A.; DROPPA JR., R.; ALVAREZ, F., *Surface and Coatings Technology* 201 (2006) 452.
4. CALLISTER JR, W.D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5ª. Ed., LTC, Rio de Janeiro, 2002.
5. JANOSI, S.; KOLOZSVARY, Z.; KIS, A., *Metal Science and Heat Treatment* 46 (2004) 310.
6. FRANCO JR., A.R., *Obtenção de Revestimentos Dúplex por Nitretação a Plasma e PVD-TiN em Aços Ferramenta AISI D2 e AISI H13*. Tese de Doutorado (2003). Escola Politécnica da USP, São Paulo (SP).

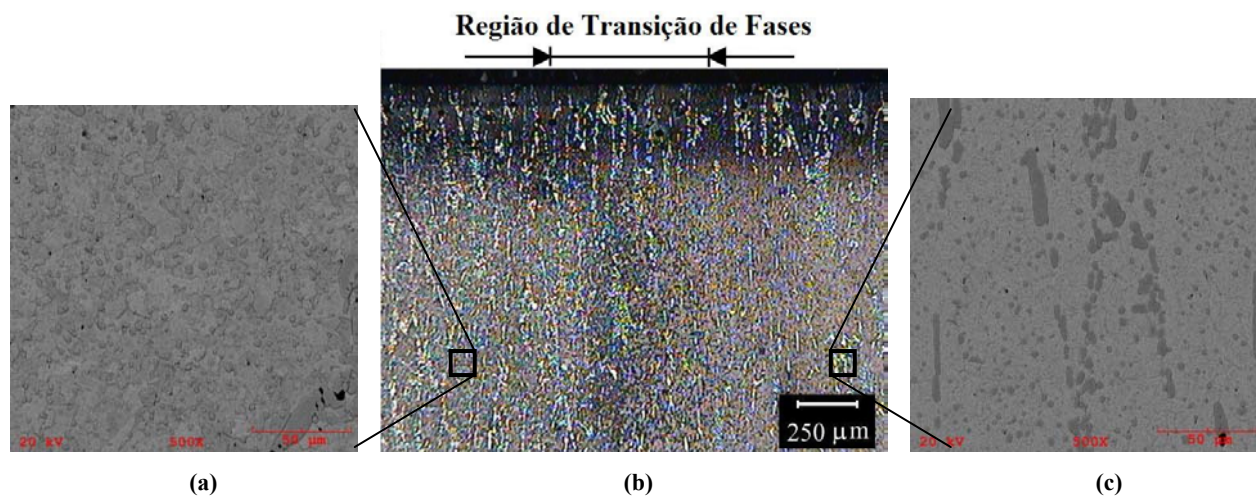


Figura 8.: Variação da microestrutura devido a transição de fases durante o tratamento, em $(753 \pm 13)^{\circ}\text{C}$. (a) Centro da amostra 726°C (235 ± 12) HV; (b) Região de transição de fases (753°C); (c) Centro da amostra 793°C (601 ± 9) HV.